

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**(11)Publication number : 2002-359107****(43)Date of publication of application : 13.12.2002****(51)Int.Cl.****H01F 1/053
B22F 1/02
// B22F 3/00****(21)Application number : 2001-118005****(71)Applicant : SUMITOMO METAL MINING CO LTD****(22)Date of filing : 17.04.2001****(72)Inventor : OSAKO TOSHIYUKI
HASHIGUCHI YOSHIYO****(30)Priority****Priority number : 2001093218 Priority date : 28.03.2001 Priority country : JP****(54) HIGH WEATHERABILITY MAGNET POWDER COMPOSITION AND ITS MANUFACTURING METHOD, AND PRODUCT MANUFACTURED THEREBY****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide iron-based magnet powder that has excellent weatherability and contains rare earth elements showing high coercive force especially under practically important humidity environments, and to provide a method for manufacturing the iron-based magnet powder, a resin composition for bond magnets containing the iron-based magnet powder, and the bond magnets.

SOLUTION: A water-soluble phosphate compound is contained into iron-based magnet powder containing a rare earth element whose surface is preferably covered with a non-oxidizable membrane.

6

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-359107

(P2002-359107A)

(43) 公開日 平成14年12月13日 (2002. 12. 13)

(51) IntCl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
H 0 1 F 1/053		B 2 2 F 1/02	E 4 K 0 1 8
B 2 2 F 1/02		3/00	C 5 E 0 4 0
// B 2 2 F 3/00		H 0 1 F 1/04	A

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2001-118005(P2001-118005)

(22) 出願日 平成13年4月17日 (2001. 4. 17)

(31) 優先権主張番号 特願2001-93218(P2001-93218)

(32) 優先日 平成13年3月28日 (2001. 3. 28)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(72) 発明者 大迫 敏行

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属

鉱山株式会社中央研究所内

(72) 発明者 橋口 佳代

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属

鉱山株式会社中央研究所内

(74) 代理人 100106596

弁理士 河端 健二

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高耐候性磁石粉組成物、その製造方法、及び得られる製品

(57) 【要約】

【課題】 耐候性に優れた、特に実用上重要な湿度環境下で高い保磁力を示す希土類元素を含む鉄系磁石粉とその製造方法、及びこれを含むボンド磁石用樹脂組成物、並びにボンド磁石の提供。

【解決手段】 希土類元素を含む鉄系磁石粉に、好ましくは表面が耐酸化性皮膜で被覆された希土類元素を含む鉄系磁石粉に、水溶性リン酸化合物を含有させることにより提供。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ボンド磁石に用いられる希土類元素を含む鉄系磁石粉に、水溶性リン酸化合物を含有させてなる高耐候性磁石粉組成物。

【請求項2】 希土類元素を含む鉄系磁石粉は、耐酸化性皮膜で被覆されていることを特徴とする請求項1に記載の高耐候性磁石粉組成物。

【請求項3】 耐酸化性皮膜は、リン酸塩皮膜であることを特徴とする請求項2に記載の高耐候性磁石粉組成物。

【請求項4】 水溶性リン酸化合物は、磁石粉に対して、リン酸基として0.002～0.2重量%の割合で含有されることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の高耐候性磁石粉組成物。

【請求項5】 磁石粉に、水溶性リン酸化合物を添加、混合することを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の高耐候性磁石粉組成物の製造方法。

【請求項6】 請求項1～4のいずれか1項に記載の高耐候性磁石粉組成物を含有することを特徴とするボンド磁石用樹脂組成物。

【請求項7】 請求項6に記載のボンド磁石用樹脂組成物を成形して得られることを特徴とするボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高耐候性磁石粉組成物及び得られる製品に関し、さらに詳しくは、ボンド磁石に用いられる耐候性に優れた希土類元素を含む鉄系磁石粉組成物とその製造方法、及びこれを含むボンド磁石用樹脂組成物、並びにボンド磁石に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から、フェライト磁石、アルニコ磁石、希土類磁石等は、モーターをはじめとする種々の用途に用いられている。しかし、これらの磁石は、主に焼結法により製造されるために、一般に脆く、薄肉のものや複雑な形状のものを得るのが難しいという欠点を有している。それに加え、焼結時の収縮が15～20%と大きいために、寸法精度の高いものが得られず、精度を上げるには研磨等の後加工が必要であるという欠点を有している。

【0003】一方、ボンド磁石は、これら焼結法の欠点を解決すると共に新しい用途をも開拓するために、近年になって開発されたものであるが、通常は、ポリアミド樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂、ポリプロピレン樹脂等の熱可塑性樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂等の熱硬化性樹脂、ゴム等の樹脂をバインダーとして用い、これに磁性粉末を混練することにより製造されている。

【0004】ところで、希土類元素を含む鉄系磁石粉を樹脂と混練してボンド磁石として使用する場合、高い磁気特性を得るためには磁石合金粉を数 μm に粉碎する必

要がある。磁石合金粉の粉碎は、通常、不活性ガス中又は溶剤中に行なわれるが、粉碎後の磁石粉は極めて活性が高いため、成形体に被膜処理を施す前に大気に触れると酸化発錆が急激に進んで磁気特性が低下するという問題がある。

【0005】この問題を解決するために、例えば、磁石合金粉を数 μm に粉碎した後に僅かな酸素を不活性雰囲気中に導入して磁石粉を徐酸化したり、分子内にP-O結合を有するリン酸化合物とオルガノポリシロキサン化合物との混合物（特開昭60-13826号公報）、リン酸エステル（特開平2-46703号公報）、あるいはリン酸塩（特開平11-251124号公報）によって粉碎後の磁石粉に被覆処理を施したり、オルトリン酸によって粉碎後の磁石粉表面にリン酸皮膜を形成する（特許公報第2602979号）ことが行なわれている。

しかしながら、粉碎後の磁石粉はその磁力により互いに凝集しており、凝集粉表面が皮膜で保護されていたとしても、個々の磁石粉に対する保護が十分ではないため、このようにして得られた磁石粉は、乾燥環境下での耐候性は向上しているものの、実用上重要な湿度環境下、例えば80℃相対湿度90%の環境下での耐候性は満足できるほど改善されていない。

【0006】こうした状況下、近年、小型モーター、音響機器、OA機器等に用いられるボンド磁石には、機器の小型化の要請から磁気特性に優れたものが要求されているが、従来の希土類元素を含む鉄系磁石粉から得られるボンド磁石の磁気特性はこれらの用途に使用するには不十分であり、希土類元素を含む鉄系磁石粉の耐候性を早期に改善し、ボンド磁石の磁気特性を向上させることが強く望まれていた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上記の従来技術の問題点に鑑み、耐候性に優れた、特に実用上重要な湿度環境下で高い保磁力を有する希土類元素を含む鉄系磁石粉組成物、及びこれを含むボンド磁石用樹脂組成物、並びにボンド磁石を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、希土類元素を含む鉄系磁石粉に、好ましくは表面が耐酸化性皮膜で被覆された希土類元素を含む鉄系磁石粉に、水溶性リン酸化合物を含有させることにより、所望とする、耐候性に優れ、湿度環境下での保磁力の低下が抑制された磁石粉組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】即ち、本発明の第1の発明によれば、ボンド磁石に用いられる希土類元素を含む鉄系磁石粉に、水溶性リン酸化合物を含有させてなる高耐候性磁石粉組成物が提供される。

【0010】また、本発明の第2の発明によれば、第1

の発明において、希土類元素を含む鉄系磁石粉は、耐酸化性皮膜で被覆されていることを特徴とする高耐候性磁石粉組成物が提供される。

【0011】また、本発明の第3の発明によれば、第2の発明において、耐酸化性皮膜は、リン酸塩皮膜であることを特徴とする高耐候性磁石粉組成物が提供される。

【0012】また、本発明の第4の発明によれば、第1～第3のいずれかの発明において、水溶性リン酸化合物は、磁石粉に対して、リン酸基として0.02～0.2重量%の割合で含有されることを特徴とする高耐候性磁石粉組成物が提供される。

【0013】一方、本発明の第5の発明によれば、磁石粉に、水溶性リン酸化合物を添加、混合することを特徴とする第1～第4のいずれかの発明の高耐候性磁石粉組成物の製造方法が提供される。

【0014】さらに、本発明の第6の発明によれば、第1～第4のいずれかの発明の高耐候性磁石粉組成物を含有することを特徴とするボンド磁石用樹脂組成物が提供される。

【0015】また、本発明の第7の発明によれば、第6の発明のボンド磁石用樹脂組成物を成形して得られることを特徴とするボンド磁石が提供される。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。

【0017】1. 磁石合金粉

本発明に用いられる磁石合金粉は、少なくとも希土類元素を含む鉄系磁石合金粉であれば、特に制限はなく、例えば、ボンド磁石に通常用いられる希土類-鉄-ほう素系、希土類-鉄-窒素系の各種磁性粉が挙げられる。これらの中でも、Nd-Fe-B系の液体急冷法による合金粉末、Sm-Fe-N系の合金粉末、表面に亜鉛を化学的に被覆反応させたSm-Fe-N系の合金粉末は、特に好適である。尚、液体急冷法により得られたNd-Fe-B系の合金粉末は、鱗片状の特異な形状をしているため、好ましくはジェットミルやボールミル等で粉砕して用いる。

【0018】2. 高耐候性磁石粉組成物

本発明の高耐候性磁石粉組成物は、ボンド磁石に用いられる希土類元素を含む鉄系磁石粉に、好ましくは表面が耐酸化性皮膜で被覆された希土類元素を含む鉄系磁石粉に、水溶性リン酸化合物を含有させてなることを特徴とする。

【0019】従来の磁石粉の耐酸化性処理では、例えば、粉砕終了後にリン酸塩等の処理剤を添加し、磁石粉を被覆しているが、粉砕後の磁石粉はその磁力によって互いに凝集しているため、磁石粉の接触面には被覆処理が行われないこととなる。このようにして得られた磁石粉は、ボンド磁石とするために樹脂等と一旦混練されると、凝集していた磁石粉が混練による剪断力により一部解砕され、皮膜のない活性な粉末表面が露出したり、形

成された皮膜が粉末同士の摩擦により損傷を受けたりすることとなる。このため、斯かる磁石粉を成形して得られたボンド磁石は、実用上重要な湿度環境下で容易に腐食され、磁気特性が低下する。特に、サマリウム-鉄-窒素系合金のような核発生型の保磁力発現機構を示す磁石粉では、一部にこのような皮膜のない領域が生じると、鉄が溶解して水素が発生し、合金格子中に水素が侵入して磁気異方性が低下するため、著しく保磁力が低下する。

【0020】一方、本発明の磁石粉組成物においては、磁石粉に水溶性リン酸化合物が含有されているため、詳細な機構は明確ではないが、高湿度環境下では、含有される水溶性リン酸化合物が磁石粉表面に形成される水膜中に溶け出し、リン酸イオンを遊離する。このリン酸イオンは、磁石粉から水膜中に溶出するFeイオン等と直ちに反応し、リン酸塩皮膜が欠如した部分に水に不溶性のリン酸塩として析出するため、磁石粉表面における腐食の進行が抑制されるものと推測される。

【0021】水溶性リン酸化合物としては、アルカリ金属、アルカリ土類金属、又はアンモニウムのリン酸塩、オルトリン酸等が挙げられる。これらは1種あるいは2種以上を混合して用いることができる。尚、水溶性リン酸化合物としてオルトリン酸のみを添加する場合には、オルトリン酸が磁石粉と反応して水に不溶性のリン酸塩皮膜が形成され、残存すべき水溶性リン酸化合物が不足する可能性があるため、添加量、添加時期を慎重に検討する必要がある。また、水溶性リン酸塩として、磁石粉を構成する主金属である鉄のリン酸塩を添加することも可能であるが、pHの変化等により、水溶性の第1塩から水に不溶性の第2塩、第3塩に変化するため、これを使用する場合はpHの変化等に注意を要する。

【0022】また、磁石粉の水溶性リン酸化合物の含有量は、磁石粉の凝集状態、あるいは耐酸化性皮膜による磁石粉表面の被覆状態等により組成物中に残存すべき水溶性リン酸化合物量が変化するため一概にはいえないが、水溶性リン酸化合物は、磁石粉に対して、好ましくはリン酸基として0.02～0.2重量%の割合で含有させる。含有量が0.02重量%未満では十分な耐候性が得られず、一方、含有量が0.2重量%を越えると、耐候性の観点からは十分であるが、磁気特性が低下するので好ましくない。

【0023】ところで、本発明の磁石粉組成物に添加された水溶性リン酸化合物は、磁石粉又はボンド磁石が高湿度環境下に置かれた際に、上述の如く、磁石粉表面の腐食を動的に安定化する機能を有するものであり、磁石粉表面に形成された耐酸化性皮膜、例えば水に不溶性のリン酸塩皮膜とは果たす機能が全く異なる。従って、耐酸化性皮膜、例えばリン酸塩皮膜が予め被覆された磁石粉に、水溶性リン酸化合物を含有させることにより、さ

らに効率的、かつ迅速な耐湿効果が得られる。即ち、磁石粉の表面が耐酸化性皮膜で予め被覆されているならば、水溶性リン酸化合物の作用がより局所的で迅速のものとなり、従来にない高い耐候性を得ることができる。尚、磁石粉への耐酸化性皮膜の形成は、磷酸塩化合物、シラン系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤、チタネート系カップリング剤等を用い、公知の方法により行うことができる。

【0024】本発明の高耐候性磁石粉組成物の製造方法としては、特に制限されず、例えば、粉碎後の磁石粉に、リン酸アンモニウム、リン酸二水素アンモニウム、リン酸水素二アンモニウム等のアンモニウムのリン酸塩や、リン酸マグネシウム等の水溶性のリン酸化合物を所定量添加し、混合すれば良い。得られた磁石粉組成物は高い耐候性を示すと共に、これから得られるボンド磁石用樹脂組成物、及びボンド磁石も、磁石粉と共に添加された水溶性リン酸化合物が残存するため、極めて高い耐候性を示す。

【0025】さらに、上記のようにして得られた磁石粉組成物に、不活性ガス中又は真空中、100～400℃未満の温度範囲で加熱処理を施すことが好ましい。100℃未満で加熱処理を施すと、磁石粉の乾燥が十分進まず、一方、400℃以上で加熱処理を施すと、磁石粉が熱的なダメージを受けるためか、保磁力が低くなるという問題がある。

【0026】3. ボンド磁石用樹脂組成物及びボンド磁石

本発明の高耐候性磁石粉組成物を用いてボンド磁石用樹脂組成物及びボンド磁石を製造する方法は、特に限定されず、例えば、以下に示すような公知の熱可塑性樹脂又は熱硬化性樹脂や添加剤を用いて製造することができる。

【0027】(樹脂バインダー) 本発明で用いられる樹脂バインダーとしては、特に限定されず、通常の熱可塑性樹脂又は熱硬化性樹脂が使用できる。

【0028】熱可塑性樹脂としては、特に限定されないが、例えば、6ナイロン、6, 6ナイロン、11ナイロン、12ナイロン、6, 12ナイロン、芳香族系ナイロン、これらの分子を一部変性した変性ナイロン等のポリアミド樹脂、直鎖型ポリフェニレンサルファイド樹脂、架橋型ポリフェニレンサルファイド樹脂、セミ架橋型ポリフェニレンサルファイド樹脂、低密度ポリエチレン、線状低密度ポリエチレン樹脂、高密度ポリエチレン樹脂、超高分子量ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、エチレン-酢酸ビニル共重合樹脂、エチレン-エチルアクリレート共重合樹脂、アイオノマー樹脂、ポリメチルペンテン樹脂、ポリスチレン樹脂、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン共重合樹脂、アクリロニトリル-スチレン共重合樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリ塩化ビニリデン樹脂、ポリ酢酸ビニル樹脂、ポリビニルア

ルコール樹脂、ポリビニルブチラル樹脂、ポリビニルホルマール樹脂、メタクリル樹脂、ポリフッ化ビニリデン樹脂、ポリ三フッ化塩化エチレン樹脂、四フッ化エチレン-六フッ化プロピレン共重合樹脂、エチレン-四フッ化エチレン共重合樹脂、四フッ化エチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合樹脂、ポリテトラフルオロエチレン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリアセタール樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリフェニレンオキサ이드樹脂、ポリアリルエーテルアリルスルホン樹脂、ポリエーテルスルホン樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂、ポリアリレート樹脂、芳香族ポリエステル樹脂、酢酸セルロース樹脂、各種エラストマーや、イソプレンゴム、ブチルゴム、ブタジエンゴム、ニトリルゴム等のゴム類等の単重合体や他種モノマーとのランダム共重合体、ブロック共重合体、グラフト共重合体、他の物質での末端基変性品等が挙げられる。尚、これらの熱可塑性樹脂は、単独又は二種類以上を組合せて用いることができる。

【0029】また、上記の熱可塑性樹脂の溶融粘度や分子量は、特に限定されないが、所望の機械的強度が得られる範囲で低い方が望ましく、また形状としてはパウダー、ビーズ、ペレット等を任意に選択し得るが、磁性粉組成物との均一混合性の観点からはパウダーが好ましい。

【0030】一方、熱硬化性樹脂としては、特に限定されないが、例えば、エポキシ樹脂、ビニルエステル系エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、ユリア樹脂、ベンゾグアナミン樹脂、ビスマレイミド・トリアジン樹脂、ジアリルフタレート樹脂、フラン樹脂、熱硬化性ポリブタジエン樹脂、ポリイミド樹脂、ポリウレタン系樹脂、シリコーン樹脂、キシレン樹脂等が挙げられる。尚、これらの熱硬化性樹脂は、単独又は二種類以上を組合せて用いることもできるし、他種モノマーと組合せて用いても良い。

【0031】また、上記の熱硬化性樹脂の粘度、分子量、性状等は、特に限定されず、所望の機械的強度や成形性が得られる範囲であれば良く、磁性粉組成物との均一混合性や成形性の観点からはパウダー又は液状が望ましい。

【0032】バインダー樹脂の配合量は、磁石粉100重量部に対して、通常5～100重量部、好ましくは5～50重量部である。バインダー樹脂の配合量が5重量部未満であると、組成物の混練抵抗(トルク)が大きくなったり、流動性が低下して磁石の成形が困難となり、一方、100重量部を超えると、所望の磁気特性が得られない。

【0033】(他の添加剤) 本発明のボンド磁石用樹脂組成物には、本発明の目的を損なわない範囲で、滑剤や安定剤等の添加剤を配合することができる。これらの添

10

20

30

40

50

加剤の配合により、組成物の加熱流動性が一層向上し、成形性や磁気特性の向上が図れる。

【0034】滑剤としては、特に限定されないが、例えば、パラフィンワックス、流動パラフィン、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、エステルワックス、カルナウバ、マイクロワックス等のワックス類、ステアリン酸、1，2-オキシステアリン酸、ラウリン酸、パルミチン酸、オレイン酸等の脂肪酸類、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ラウリン酸カルシウム、リノール酸亜鉛、リシノール酸カルシウム、2-エチルヘキソイン酸亜鉛等の脂肪酸塩（金属石鹸類）ステアリン酸アミド、オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、ベヘン酸アミド、パルミチン酸アミド、ラウリン酸アミド、ヒドロキシステアリン酸アミド、メチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスラウリン酸アミド、ジステアリルアジピン酸アミド、エチレンビスオレイン酸アミド、ジオレイルアジピン酸アミド、N-ステアリルステアリン酸アミド等脂肪酸アミド類、ステアリン酸ブチル等の脂肪酸エステル、エチレングリコール、ステアリルアルコール等のアルコール類、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、及びこれら変性物からなるポリエーテル類、ジメチルポリシロキサン、シリコングリース等のポリシロキサン類、弗素系オイル、弗素系グリース、含弗素樹脂粉末といった弗素化合物、窒化珪素、炭化珪素、酸化マグネシウム、アルミナ、二酸化珪素、二硫化モリブデン等の無機化合物粉体等が挙げられ、これらの一種又は二種以上を組合せて使用することができる。尚、滑剤の配合量は、磁石粉100重量部に対して、通常は0.01~20重量部、好ましくは0.1~10重量部である。

【0035】また、安定剤としては、特に限定されないが、例えば、ビス（2，2，6，6-テトラメチル-4-ピペリジル）セバケート、ビス（1，2，2，6，6-ペンタメチル-4-ピペリジル）セバケート、1-〔2-（3-（3，5-ジ-第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオニルオキシ）エチル〕-4-〔3-（3，5-ジ-第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオニルオキシ〕-2，2，6，6-テトラメチルピペリジン、8-ベンジル-7，7，9，9-テトラメチル-3-オクチル-1，2，3-トリアザスピロ〔4，5〕ウンデカン-2，4-ジオン、4-ベンゾイルオキシ-2，2，6，6-テトラメチルピペリジン、こはく酸ジメチル-1-（2-ヒドロキシエチル）-4-ヒドロキシ-2，2，6，6-テトラメチルピペリジン重縮合物、ポリ〔〔6-（1，1，3，3-テトラメチルブチル）イミノ-1，3，5-トリアジン-2，4-ジイル〕〔（2，2，6，6-テトラメチル-4-ピ

ペリジル）イミノ〕ヘキサメチレン〔〔2，2，6，6-テトラメチル-4-ピペリジル〕イミノ〕〕、2-（3，5-ジ-第三ブチル-4-ヒドロキシベンジル）-2-n-ブチルマロン酸ビス（1，2，2，6，6-ペンタメチル-4-ピペリジル）等のヒンダード・アミン系安定剤、又は、フェノール系、ホスファイト系、チオエーテル系等の抗酸化剤等が挙げられ、これらの一種又は二種以上を組合せて使用することができる。尚、安定剤の配合量は、磁石粉100重量部に対して、通常は0.01~5重量部、好ましくは0.05~3重量部である。

【0036】上記の各成分の混合方法は、特に限定されず、例えば、リボンブレンダー、タンブラー、ナウターミキサー、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等の混合機、あるいは、バンバリーミキサー、ニーダー、ローラー、ニーダーローダー、単軸押出機、二軸押出機等の混練機を用いて実施される。得られるボンド磁石用樹脂組成物の形状は、パウダー状、ビーズ状、ペレット状、あるいはこれらの混合物の形であるが、取扱易さの点で、ペレット状が望ましい。

【0037】次いで、上記のボンド磁石用樹脂組成物は、所望の形状を有する磁石に成形される。成形法としては、従来からプラスチック成形加工等に利用されている射出成形法、押出成形法、射出圧縮成形法、射出プレス成形法、トランスファー成形法等の各種成形法を用いることができるが、これらの中でも、特に射出成形法、押出成形法、射出圧縮成形法、及び射出プレス成形法が好ましい。

【0038】

【実施例】以下に、本発明の実施例及び比較例を示すが、本発明は、これらの実施例によって何ら限定されるものではない。

【0039】実施例1~5、比較例1~3

還元拡散法を用いて作製した実質的に $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$ の磁石粉を用いて実験を行った。容器内部を窒素で置換したアトライタを用い、還元粉末1kgを1.5kgのイソプロパノール中で2時間粉碎して平均粒径 $3\mu\text{m}$ の磁石粉を作製した。アトライタの回転数は200rpmとした。また、一部の磁石粉には、粉碎途中に85%オルトリン酸水溶液を粉末1kg当たり0.2モル添加して均一なリン酸塩皮膜を形成した。次に、粉碎終了後に、イソプロパノールを濾過して得たケーキに、表1に示す量のリン酸水素二アンモニウムを添加、混合し、真空中、150℃で4時間の乾燥を行った。尚、磁石粉への水溶性リン酸基の添加量は、乾燥後の粉末を純水に入れて密閉容器中で100℃で10分の加熱を行い、水中に溶出してきたリン酸イオンをイオンクロマトグラフによって分析することにより求めた。次いで、これらの磁石粉組成物を用い、磁石粉組成物の体積率が54%となるように12ナイロンを添加（磁石粉組成物100重量

部に対して10重量部)し、ラボプラストミルで混練した後に射出成形してボンド磁石を作製した。これらのボンド磁石を80℃相対湿度90%で36時間保持した後、チオフィー型自記磁束計にて常温で磁気特性の測定*

*を行った。得られた結果を表1に示す。

【0040】

【表1】

	粉碎時リン酸塩皮膜形成処理	水溶性リン酸塩濃度 (wt%)	初測保磁力 kA/m(kOe)	36時間後保磁力 kA/m(kOe)
実施例1	なし	0.002	828 (10.4)	740 (9.3)
実施例2	なし	0.044	828 (10.4)	772 (9.7)
実施例3	あり	0.003	788 (9.9)	756 (9.5)
実施例4	あり	0.023	804 (10.1)	748 (9.4)
実施例5	あり	0.11	732 (9.2)	732 (9.2)
比較例1	なし	0.001	780 (9.8)	175 (2.2)
比較例2	あり	0.001	812 (10.2)	597 (7.5)
比較例3	なし	0.36	597 (7.5)	493 (6.2)

【0041】表1の結果から明らかなように、水溶性リン酸化合物を含有する本発明の磁石粉を用いたボンド磁石、特に粉碎時にリン酸皮膜を形成したボンド磁石は、80℃相対湿度90%で36時間保持した場合にも保磁力の低下が小さく、実用上重要な湿度環境下での耐候性が著しく向上している。

【0042】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の希土類元※

※素を含む鉄系磁石粉は、水溶性リン酸化合物が含有されているため耐候性が高く、貯蔵、ボンド磁石製造の際の取扱いが容易となると共に、これを用いて製造されたボンド磁石も、従来法により得られる磁石に比べて耐候性が著しく向上している。本発明の磁石粉により高耐候性のボンド磁石の製造が可能となり、その工業的価値は極めて大きい。

20

フロントページの続き

Fターム(参考) 4K018 BA18 BC28 BD01 CA04 KA46
5E040 AA03 BB03 BC01 HB05 HB17
NN05